Evaluation of Solid Phase Micro-extraction with Standard Testing Method for Formaldehyde Determination

Y. L. Yung and Kong Mun Lo

นำเสนอโดย

นางสาววาสิตา สว่างพัฒน

วัตถุประสงค์

- พัฒนาความไวและความแม่นยำของวิธีการวิเคราะห์ฟอร์มาลดีไฮด์ในแผ่นไม้อัดโดยเปลี่ยนไปใช้เทคนิค SPME-GCMS

- ดำเนินการเปรียบเทียบเทคนิคที่พัฒนาขึ้นใหม่กับวิธีดั้งเดิมที่ใช้การทำปฏิกิริยาระหว่างฟอร์มาลดีไฮด์ที่เก็บในถังดิสซิเคเตอร์กับสารอะซีทิลอะซีโตน (DC-AA)

A. สารเคมีและรีเอเจนต์

- สารละลายฟอร์มาลดีไฮด์ 37% v/v ในสารละลายน้ำ (Merck)
- กรดไฮโดรคลอริก 37% (Merck)
- โซเดียมซัลไฟต์ (Merck)
- อะซีทิล-อะซีโตน (Merck)
- แอมโมเนียมอะซีเตต (Merck)
- กรดอะซิติกเข้มข้น (Merck)
- ไอโอดีน (Merck)
- โพแทสเซียมไดโครเมต (Merck)
- โพแทสเซียมไอโอไดด์ (Merck)
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Merck)
- โซเดียมไทโอซัลเฟตเพนตะไฮเดรต (Merck)
- เฮกเซนสำหรับ GC (SA)
- เมทานอล (ความบริสุทธิ์ 99.8%, SA)
- O-(2,3,4,5,6 Pentafluorobenzyl) hydroxylamine hydrochloride (ความบริสุทธิ์ 98% ขึ้นไป, SA)

B. การเตรียมตัวอย่าง

ชนิดของไม้ที่ใช้ในการผลิตตัวอย่างไม้อัดประกอบด้วยไม้ชนิดต่าง ๆ ดังนี้

- Binuang (Octomeles spp.)
- Batai (Falcataria)
- Kapur (Dryobalanops spp.)
- Keruing (Dipterocarpus spp.)
- Laran (Neolamarckia cadamba)
- Magas (Duabanga spp.)
- Red Seraya (Shorea spp.)
- Sedaman (Macaranga spp.)
- White Seraya (Parashorea spp.)
- Yellow Seraya (Shorea spp.)

C. อุปกรณ์และเครื่องมือ

- UV-Spectrophotometer: ใช้เครื่อง Shimadzu รุ่น UV-1800 ซึ่งมีความละเอียด 1 นาโนเมตร สำหรับการทดสอบวิธี DC-AA
- SPME Fiber: เลือกใช้เส้นใย Divinylbenzene Polydimethylsiloxane (DVB-PDMS) ขนาด 65 µm พร้อมเข็มขนาด 23 เกจ (Supelco)
- ระบบสกัดอัตโนมัติ: การสกัดดำเนินการด้วยเครื่อง CTC-Combi-PAL SPME อัตโนมัติที่เชื่อมต่อกับโครมาโทกราฟีแก๊สที่จับคู่กับเครื่องแมสสเปกโตรเมเตอร์ Shimadzu รุ่น GC MS-QP2010Plus
- คอลัมน์: การแยกสารใช้คอลัมน์ 5% diphenyl และ 95% dimethyl polysiloxane ที่มีความยาว 30 เมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 มิลลิเมตร และความหนาของฟิล์ม 0.25 µm (Rts-5MS, Restek)

A.Desiccators-Acetyl Acetone Method (DC-AA)

METHOD

B. Solid Phase Micro-Extraction (SPME)

A. Desiccators-Acetyl Acetone Method (DC-AA)

ปรับสภาพตัวอย่างทดสอบ โดยวางไว้บนน้ำกลั่นปริมาตร 300 มล. ที่วางไว้กลางถังดิสซิเคเตอร์ ที่อุณหภูมิ 20±0.5°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ตามปฏิกิริยา Hantzsch ฟอร์มาลดีไฮด์ถูกวัดจากปฏิกิริยาของมันกับไอออนแอมโมเนียมและอะซีทิลอะซีโตน ซึ่งเกิดเป็นสารไดอะซีทิลไดไฮโดรลูทิดีน (DDL) ทดสอบโดยใช้สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่ความยาวคลื่น 412 นาโนเมตร

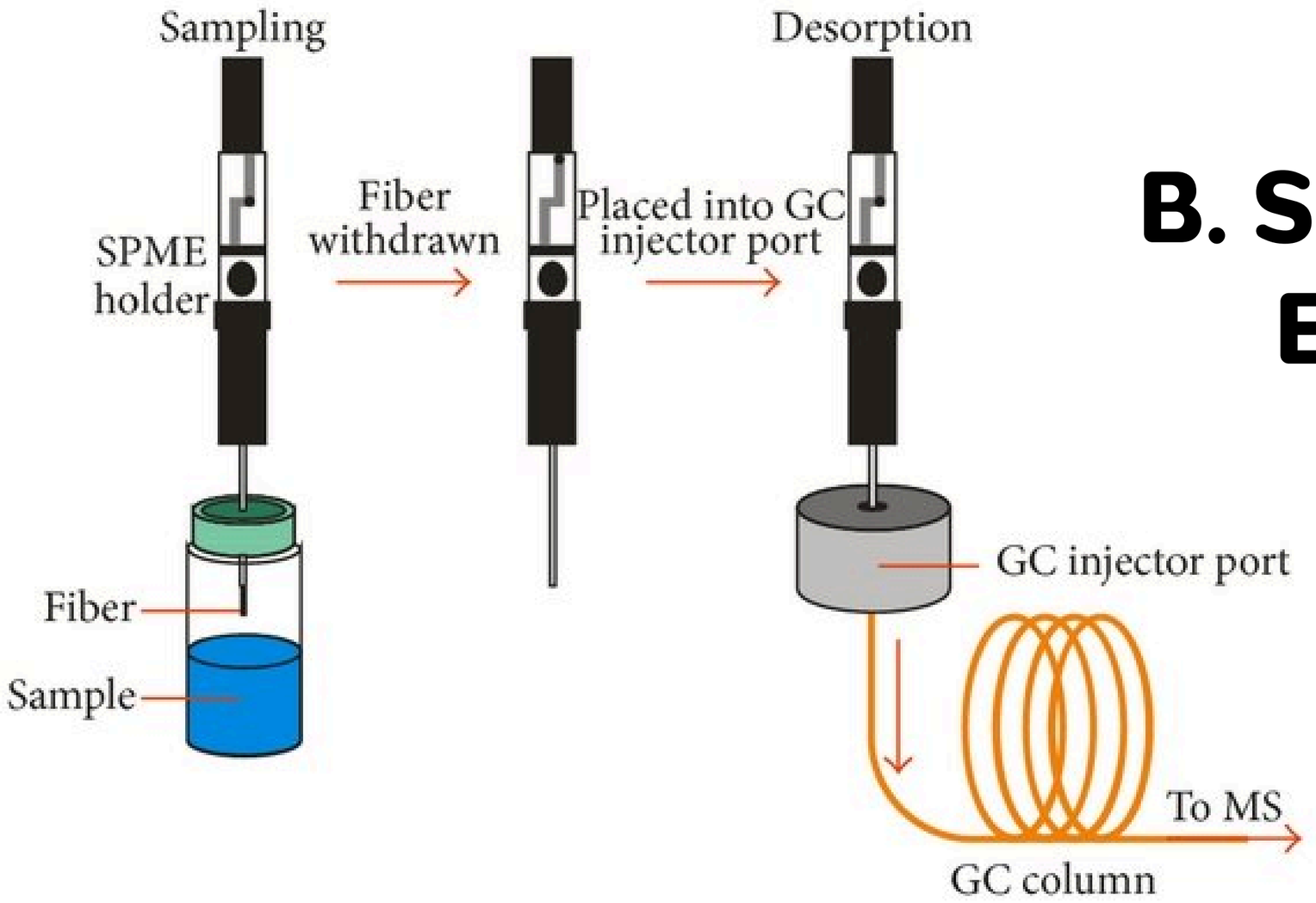
เติมสารละลายแอมโมเนียมอะซีเตตและอะซีทิลอะซีโตน ปริมาตร 25 มล. ผสมเบา ๆ กับสารละลายตัวอย่างในปริมาตรที่เท่ากันในภาชนะ แล้วนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 65±2°C เป็นเวลา 10 นาที

The formaldehyde concentration of each aliquot was calculated in:

$$C = F \times (Ad - Ab)$$

C= Formaldehyde concentration of test pieces (mg/l)
Ad= Absorbance of a sample solution
Ab= Absorbance of a blank solution
F= Inclination of calibration curve (mg/l)

B. Solid Phase Micro-Extraction (SPME)



RESULTS AND DISCUSSION

The formaldehyde emission evaluated by SPME and DCAA method onto the same plywood panels was compared.

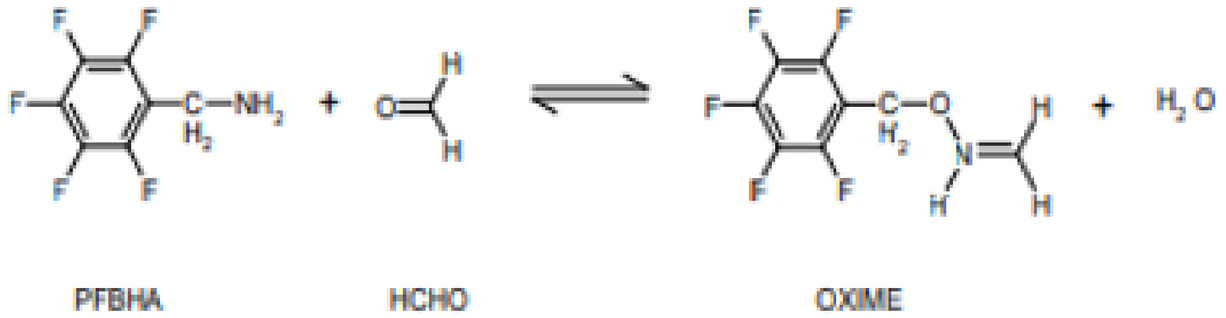


Fig. 1 Reaction scheme of PFBHA and formaldehyde to form the formaldehyde-oxime

- SPME values were ranging from 1.3 to 5.7mg/l
- DC-AA values were ranging from 0.30- 0.97mg/l

RESULTS AND DISCUSSION

TABLE I
FORMALDEHYDE CONCENTRATION AND REPEATABILITY COMPARISON SUBJECTED TO VARIOUS WOOD SPECIES

Sample	Repeatability, RSD	
	DC-AA (%)	SPME (%)
YS	1.0%	5.7%
WS	1.2%	3.7%
LR	1.3%	6.6%
BT	1.4%	6.9%
BN	1.7%	1.8%
KP	1.8%	10.3%
KR	1.8%	9.3%
RS	2.1%	3.1%
SD	2.2%	6.3%
MG	3.9%	3.1%
Min	1.0%	1.8%
Max	3.9%	10.3%

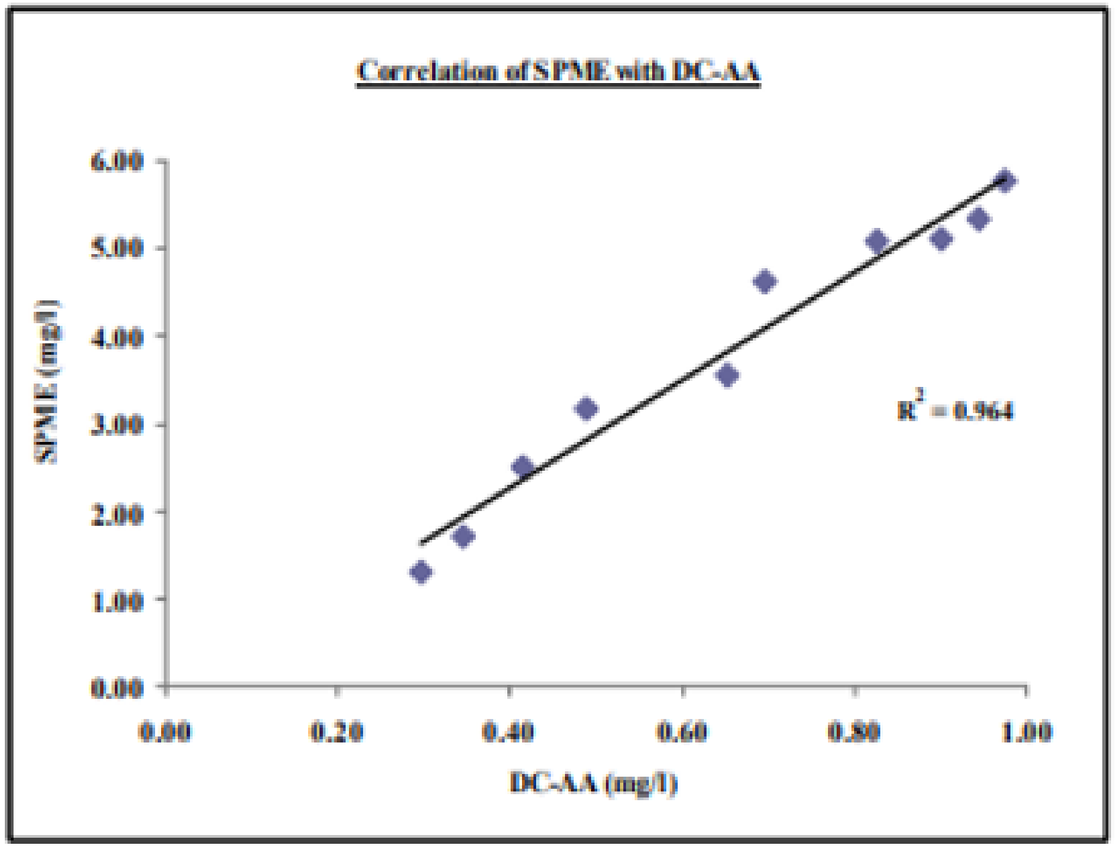


Fig. 2 Relationship of formaldehyde concentration as emitted from plywood panels measured by SPME and DC methods

RESULTS AND DISCUSSION

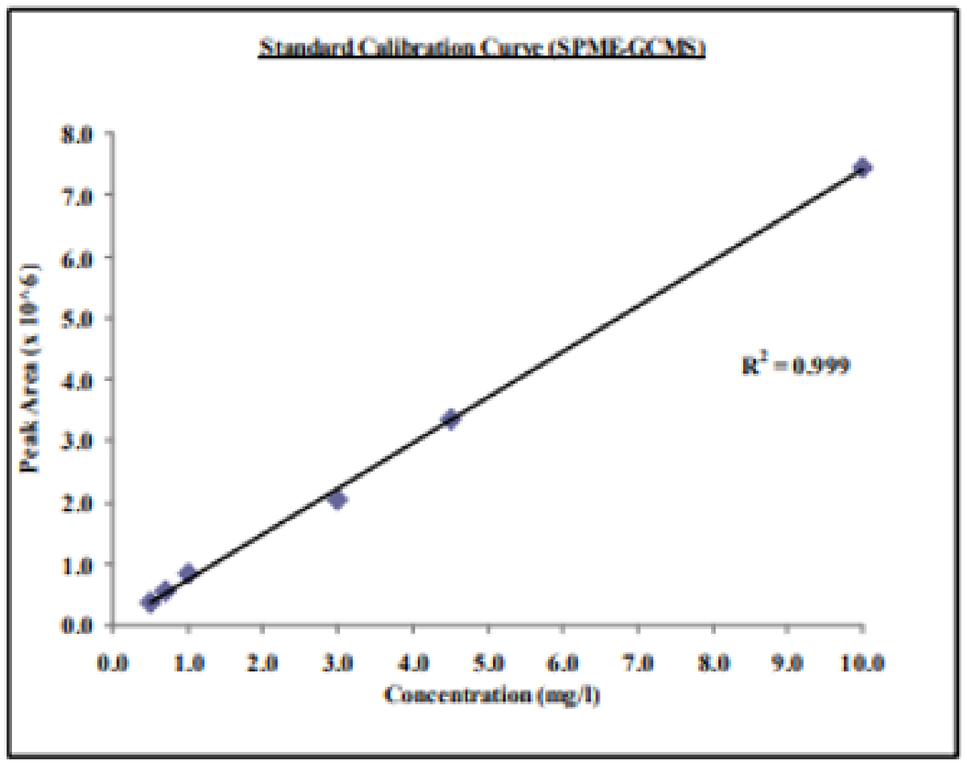


Fig. 3 Standard calibration curve for formaldehyde quantitative determination by using HS-SPME-GCMS

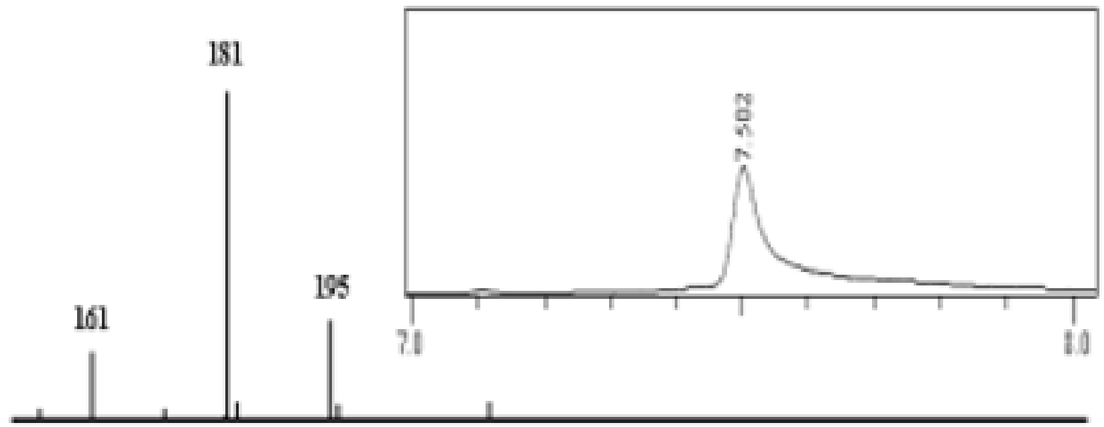


Fig. 4 Mass spectrum of formaldehyde-oxime obtained after SPME-GCMS analysis and chromatogram of derivatized formaldehyde from specimen KP

สรุปผล

การประยุกต์ใช้ SPME ร่วมกับ GCMS ได้รับการพิสูจน์ว่าเป็นวิธีที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ในไม้ โดยมีความไวที่ดีและมีความแม่นยำสูง ด้วยค่า RSD สูงสุดประมาณ 10% เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการดั้งเดิม พบว่า SPME มีความสัมพันธ์ที่ดี (RSQ มากกว่า 0.96) กับวิธี DC ที่ระดับความมั่นใจ 95% ด้วยการพัฒนาอย่างต่อเนื่อง SPME จะกลายเป็นวิธีที่น่าเชื่อถือมากขึ้นพร้อมกับเทคนิคสมัยใหม่ที่ใช้

THANK YOU

ขอบคุณ